

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-080522

(43)Date of publication of application : 26.03.1999

(51)Int.Cl.

C08L 67/02

C08K 5/29.

(21)Application number : 09-333542

(71)Applicant : NISSHINBO IND INC

(22)Date of filing : 17.11.1997

(72)Inventor : IMASHIRO YASUO

TAKAHASHI IKUO

HORIE TADASHI

SUZUKI JUICHI

(30)Priority

Priority number : 09200803

Priority date : 09.07.1997

Priority country : JP

(54) BIODEGRADABLE PLASTIC COMPOSITION AND CONTROL OF BIODEGRADATION RATE OF BIODEGRADABLE PLASTIC

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a biodegradable plastic composition having a stably controlled biodegradation rate and useful as a material for agriculture, forestry and fisheries, such as a film and a planting pot, and earthwork such as a water-retaining sheet and a plant net by allowing a biodegradable plastic to include a carbodiimide compound.

SOLUTION: This biodegradable plastic composition comprises (A) 100 pts.wt. biodegradable plastic such as an aliphatic polyester resin (e.g. a polybutylene succinate/adipate and a polylactic acid) and (B) a carbodiimide compound having one or more carbodiimide groups in one molecule, such as 4,4'-dicyclohexylmethanecarbodiimide preferably in an amount of 0.01-10 pts.wt. The mixing method is exemplified by the method of melt-kneading by an extruder. The component B is obtained by a decarbonation condensation reaction or the like of an organic diisocyanate in the presence of a catalyst such as an organic phosphorus-based compound.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-80522

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月26日

| | | | |
|---------------------------|-------|---------------|-------|
| (51) Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | F I | |
| C 0 8 L 67/02 | Z A B | C 0 8 L 67/02 | Z A B |
| C 0 8 K 5/29 | | C 0 8 K 5/29 | |

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 7 頁)

| | | | |
|--------------|--------------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平9-333542 | (71) 出願人 | 000004374 日清紡績株式会社 東京都中央区日本橋人形町 2 丁目31番11号 |
| (22) 出願日 | 平成 9 年(1997)11月17日 | (72) 発明者 | 今城 靖雄 東京都足立区西新井栄町 1-18-1 日清 紡績株式会社東京研究センター内 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願平9-200803 | (72) 発明者 | 高橋 郁夫 東京都足立区西新井栄町 1-18-1 日清 紡績株式会社東京研究センター内 |
| (32) 優先日 | 平 9 (1997) 7 月 9 日 | (72) 発明者 | 堀江 直史 東京都足立区西新井栄町 1-18-1 日清 紡績株式会社東京研究センター内 |
| (33) 優先権主張国 | 日本 (J P) | (74) 代理人 | 弁理士 小林 雅人 (外 1 名) 最終頁に続く |

(54) 【発明の名称】 生分解性プラスチック組成物及び生分解性プラスチックの生分解速度調節方法

(57) 【要約】

【課題】 従来技術の難点を解消して、生分解速度を安定的に調節した生分解性プラスチック組成物及び生分解性プラスチックの生分解速度調節方法を提供する。

【解決手段】 本発明の生分解性プラスチック組成物は、生分解性プラスチックにカルボジイミド化合物を配合してなることを特徴とし、又、本発明の生分解性プラスチックの生分解速度制御方法の構成は、生分解性プラスチック樹脂にカルボジイミド化合物を配合することを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 生分解性プラスチックにカルボジイミド化合物を配合してなることを特徴とする生分解性プラスチック組成物。

【請求項 2】 カルボジイミド化合物の配合量が、0.01%から10重量部である請求項 1 に記載の生分解性プラスチック組成物。

【請求項 3】 生分解性プラスチックにカルボジイミド化合物を配合することを特徴とする生分解性プラスチックの生分解速度調節方法。

【請求項 4】 カルボジイミド化合物の配合量が、0.01%から10重量部である請求項 3 に記載の生分解性プラスチックの生分解速度調節方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は生分解性プラスチック組成物及び生分解性プラスチックの生分解速度調節方法に関するものであり、更に詳しくは、カルボジイミド化合物を配合することにより生分解速度を調節した生分解性プラスチック組成物、及び、生分解性プラスチックの生分解速度調節方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、プラスチック廃棄物による環境汚染等の問題がクローズアップされる中、環境保全に対する必要性和意義の高まりから、生分解性プラスチックの研究開発が進められている。

【0003】生分解性を有するプラスチックは、分子骨格に脂肪族系ポリエステル樹脂、ポリビニルアルコール或いは多糖類を有するものの3種に大別することができ、これらの内の脂肪族系ポリエステル樹脂は、一般に融点が低く、製造時の熱安定性も不良であり、更には実用的な成形品に適した物性を得るために十分な分子量が得られないため、生分解性プラスチックとして利用されていなかったが、この問題点を克服するための技術開発に伴い、高分子量脂肪族系ポリエステル樹脂が登場し、農林水産用資材（フィルム、植栽ポット、釣糸、魚網等）、土木工事資材（保水シート、植物ネット、土嚢等）、包装・容器分野（土、食品等が付着してリサイクルが難しいもの）等に利用され始めている。

【0004】而して、上記脂肪族系ポリエステル樹脂を始めとする生分解性プラスチックは、使用中には従来のプラスチックと同レベルの機能（例えば強度、耐水性、成型加工性や耐熱性）を有し、且つ、廃棄時には自然界に一般に存在する微生物により速やかに分解される必要がある。

【0005】このような事情から、これまでに生分解性プラスチックの生分解速度の制御に関する提案がいくつかなされており、例えば、加水分解酵素を添加して分解時間を短縮することを目的としたもの（特開平 4-168149 号公報参照）や、逆にポリマー中の未反応モノ

マーや不純物、鎖状・環状のオリゴマー等の低分子量化合物を低減し、分解時間を延長することを目的としたもの（特開平 9-12688 号公報参照）が知られている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、現状では、上記従来技術による生分解性プラスチックは、例えばプラスチック製品の原料となるペレットを製造したり、該ペレットから製品を製造したりする工程で、周辺雰囲気中の水分に晒されたり、熱が加えられることにより、生分解性プラスチック中で加水分解反応が進行し、成形品の初期物性が低下したり、ばらついたりすると共に、製品の生分解性が不安定であるという問題点を抱えており、生分解性の調節は未だ十分とはいえない。

【0007】本発明は、従来技術の難点を解消して、生分解速度を安定的に調節した生分解性プラスチック組成物及び生分解性プラスチックの生分解速度調節方法を提供することを目的としてなされた。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明が採用した生分解性プラスチック組成物の構成は、生分解性プラスチックにカルボジイミド化合物を配合してなることを特徴とするものであり、同じく上記目的を達成するために本発明が採用した生分解性プラスチックの生分解速度調節方法の構成は、生分解性プラスチックにカルボジイミド化合物を配合することを特徴とするものである。

【0009】即ち、本発明の発明者等は、良好な生分解性を有するプラスチック組成物を得るべく鋭意研究を重ねた結果、生分解性プラスチックに対し、分子中に1個以上のカルボジイミド基を有するカルボジイミド化合物（ポリカルボジイミド化合物を含む）を配合することにより得られた生分解性プラスチック組成物に関し、耐加水分解性の向上がみられ、更には、カルボジイミド化合物の種類及び配合量により耐加水分解性の調節が可能であることを見出し、このことから、加水分解反応に基づく生分解性を有する生分解性プラスチックに対してカルボジイミド化合物を配合することにより、当該生分解性プラスチックの生分解の速度を調節することができるのではないかという知見を得、本発明を完成するに至った。

【0010】

【発明の実施の態様】以下に本発明を詳細に説明する。

【0011】本発明で使用する生分解性プラスチックとしては、例えば微生物によって代謝されるポリエステル系のものを挙げることができ、中でも微生物によって代謝され易い脂肪族系ポリエステル樹脂が好ましい。

【0012】上記脂肪族系ポリエステル樹脂としては、第一に、脂肪族系グリコール類と脂肪族多塩基酸（又はその無水物）とを、触媒の存在下に反応させることによ

り得られる脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂、或いは、必要に応じ少量のカップリング剤を使用して反応させることにより得られる、高分子量の脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂を例示することができる。

【0013】上記本発明で使用する生分解性プラスチック（脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂）を製造するための脂肪族系グリコール類としては、例えばエチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサジオール、デカメチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール等を挙げることができ、エチレンオキシドを使用することもできる。尚、これらのグリコール類はその2種以上を併用してもよい。

【0014】上記脂肪族系グリコール類と反応して生分解性プラスチック（脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂）を形成する脂肪族多塩基酸及びその酸無水物としては、コハク酸、アジピン酸、スベリン酸、セバシン酸、ドデカン酸、無水コハク酸や無水アジピン酸等、一般的に市販されているものを使用することができる。尚、これら多塩基酸及び／又はその酸無水物を2種以上併用してもよい。

【0015】上記グリコール類及び多塩基酸は脂肪族系のものであるが、少量の他成分、例えば芳香族系グリコール類及び無水トリメリット酸や無水ピロメリット酸等の芳香族系多塩基酸を併用することもできる。但し、これら芳香族系成分を導入すると生分解性が悪くなるため、芳香族系グリコール類及び芳香族系多塩基酸の配合量は、脂肪族系グリコール100重量部に対して20重量部以下、好ましくは10重量部以下、更に好ましくは5重量部以下とする必要がある。

【0016】又、上記脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂を製造するための触媒としては、チタン、スズ、アンチモン、セリウム、亜鉛、コバルト、鉄、鉛、マンガン、アルミニウム、マグネシウム、ゲルマニウム等の金属の有機酸塩、アルコキサイドや酸化物を例示することができ、これらのうち、スズ系又はアルミニウム系の化合物が好適である。

【0017】上記脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂を製造するには、当量の脂肪族系グリコール類及び脂肪族多塩基酸と触媒とを、必要であれば原料化合物に応じて適宜に選択した溶媒を使用し、加熱して反応させればよく、反応の進行程度を抑制することにより、重合度の低いプレポリマーを製造することができる。

【0018】上記のような脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂の製造においては、更に数平均分子量を高めるために、特に重合度の低いプレポリマーに対し、カップリング剤を使用することもでき、このカップリング剤としては、例えばジイソシアネート、オキサゾ

リン、ジエポキシ化合物、酸無水物等を挙げることができるが、特にジイソシアネートの使用が好適である

【0019】上記カップリング剤としてのジイソシアネートについて、その種類に特に制限はないが、例えば、2,4-トリレンジイソシアネート、2,4-トリレンジイソシアネートと2,6-トリレンジイソシアネートの混合物、ジフェニルメタンジイソシアネート、1,5-ナフタレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、水素化キシリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロレンジイソシアネート、4,4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート等を挙げることができ、特にヘキサメチレンジイソシアネートが、得られる脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂の色相や、前記プレポリマーへの配合時の反応性等の点から好ましい。

【0020】上記カップリング剤の配合量は、例えば前記プレポリマー100重量部に対して0.1～5重量部、好ましくは0.5～3重量部であり、0.1重量部未満ではカップリング反応が不十分であり、5重量部以上ではゲル化が起こり易くなる。

【0021】又、上記脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂は、二重結合やウレタン結合、尿素結合等を介して、他の化合物により末端のヒドロキシル基を封止したものや、変性された脂肪族系グリコール／多塩基酸ポリエステル樹脂であってもよい。

【0022】上記脂肪族系ポリエステル樹脂としては、第二に、ポリ乳酸系脂肪族系ポリエステル樹脂、具体的には、乳酸、リンゴ酸、グルコール酸等のオキシ酸の重合体又はこれらの共重合体、特にポリ乳酸に代表されるヒドロキシカルボン酸系脂肪族系ポリエステル樹脂を挙げることができる。

【0023】上記ポリ乳酸系脂肪族系ポリエステル樹脂は通常、環状ジエステルであるラクチド及び対応するラクトン類の開環重合による方法、いわゆるラクチド法により、又、ラクチド法以外では、乳酸の通接脱水縮合法やホルマリンと炭酸ガスとの重縮合法により得ることができるものである。

【0024】又、上記ポリ乳酸系脂肪族系ポリエステル樹脂を製造するための触媒としては、錫、アンチモン、亜鉛、チタン、鉄、アルミニウム化合物を例示することができ、中でも錫系触媒、アルミニウム系触媒が好ましく、オクチル酸錫、アルミニウムアセチルアセトナートが特に好適である。

【0025】上記ポリ乳酸系脂肪族系ポリエステル樹脂の中でも、ラクチド開環重合により得られるポリ-L-乳酸が、加水分解されてL-乳酸になると共にその安全性も確認されているために好ましいが、本発明で使用するポリ乳酸系脂肪族系ポリエステル樹脂はこれに限定されることはなく、従ってその製造に使用するラクチドについても、L体に限定されない。

【0026】一方、本発明で使用する、分子中に1個以上のカルボジイミド基を有するカルボジイミド化合物（ポリカルボジイミド化合物を含む）としては、一般的に良く知られた方法で合成されたものを使用することができ、例えば、触媒として有機リン系化合物又は有機金属化合物を用い、各種ポリイソシアネートを約70度以上の温度で、無溶媒又は不活性溶媒中で、脱炭酸縮合反応に付することより合成することができるものを挙げることができる。

【0027】上記カルボジイミド化合物に含まれるモノカルボジイミド化合物としては、ジシクロヘキシルカルボジイミド、ジイソプロピルカルボジイミド、ジメチルカルボジイミド、ジイソブチルカルボジイミド、ジオクチルカルボジイミド、*t*-ブチルイソプロピルカルボジイミド、ジフェニルカルボジイミド、ジ-*t*-ブチルカルボジイミド、ジ- β -ナフチルカルボジイミド等を例示することができ、これらの中では、特に工業的に入手が容易であるという面から、ジシクロヘキシルカルボジイミド或いはジイソプロピルカルボジイミドが好適である。

【0028】又、上記カルボジイミド化合物に含まれるポリカルボジイミド化合物としては、種々の方法で製造したものを使用することができるが、基本的には従来のポリカルボジイミドの製造方法（米国特許第2941956号明細書、特公昭47-33279号公報、J. Org. Chem. 28, 2069-2075 (1963)、Chemical Review 1981, Vol. 81 No. 4, p619-621）により製造したものをを用いることができる。

【0029】上記ポリカルボジイミド化合物の製造における合成原料である有機ジイソシアネートとしては、例えば芳香族ジイソシアネート、脂肪族ジイソシアネート、脂環族ジイソシアネートやこれらの混合物を挙げることができ、具体的には、1, 5-ナフタレンジイソシアネート、4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、4, 4'-ジフェニルジメチルメタンジイソシアネート、1, 3-フェニレンジイソシアネート、1, 4-フェニレンジイソシアネート、2, 4-トリレンジイソシアネート、2, 6-トリレンジイソシアネート、2, 4-トリレンジイソシアネートと2, 6-トリレンジイソシアネートの混合物、ヘキサメチレンジイソシアネート、シクロヘキサン-1, 4-ジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタン-4, 4'-ジイソシアネート、メチルシクロヘキサンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート、2, 6-ジイソプロピルフェニルイソシアネート、1, 3, 5-トリイソプロピルベンゼン-2, 4-ジイソシアネート等を例示することができる。

【0030】又、上記ポリカルボジイミド化合物の場合

は、モノイソシアネート等の、ポリカルボジイミド化合物の末端イソシアネートと反応する化合物を用いて、適当な重合度に制御することもできる。

【0031】このようなポリカルボジイミド化合物の末端を封止してその重合度を制御するためのモノイソシアネートとしては、例えば、フェニルイソシアネート、トリルイソシアネート、ジメチルフェニルイソシアネート、シクロヘキシルイソシアネート、ブチルイソシアネート、ナフチルイソシアネート等を例示することができる。

【0032】又、ポリカルボジイミド化合物の末端を封止してその重合度を制御する末端封止剤としては、上記モノイソシアネートに限定されることはなく、イソシアネートと反応し得る活性水素化合物、例えば、脂肪族、芳香族又は脂環族化合物であって-OH基を有する、メタノール、エタノール、フェノール、シクロヘキサノール、*N*-メチルエタノールアミン、ポリエチレングリコールモノメチルエーテル、ポリプロピレングリコールモノメチルエーテル；=NH基を有するジエチルアミン、ジシクロヘキシルアミン；-NH₂基を有するブチルアミン、シクロヘキシルアミン；-COOH基を有するコハク酸、安息香酸、シクロヘキサン酸；-SH基を持つエチルメルカプタン、アリルメルカプタン、チオフェノール；エポキシ基を有する化合物等を例示することができる。

【0033】上記有機ジイソシアネートの脱炭酸縮合反応は、適当なカルボジイミド触媒の存在下で行うものであり、使用し得るカルボジイミド触媒としては、有機リン系化合物、有機金属化合物（一般式M-(OR)₃、[Mはチタン(Ti)、ナトリウム(Na)、カリウム(K)、バナジウム(V)、タングステン(W)、ハフニウム(Hf)、ジルコニウム(Zr)、鉛(Pb)、マンガン(Mn)、ニッケル(Ni)、カルシウム(Ca)やバリウム(Ba)等を、Rは炭素数1~20までのアルキル基又はアリール基を示す。]で表されるもの）が好適であり、特に活性の面から、有機リン系化合物ではフォスフォレンオキシド類が、又、有機金属化合物ではチタン、ハフニウム、ジルコニウムのアルコキシド類が好ましい。

【0034】上記フォスフォレンオキシド類としては、具体的には、3-メチル-1-フェニル-2-フォスフォレン-1-オキシド、3-メチル-1-エチル-2-フォスフォレン-1-オキシド、1, 3-ジメチル-2-フォスフォレン-1-オキシド、1-フェニル-2-フォスフォレン-1-オキシド、1-エチル-2-フォスフォレン-1-オキシド、1-メチル-2-フォスフォレン-1-オキシド及びこれらの二重結合異性体を例示することができ、中でも工業的に入手の容易な3-メチル-1-フェニル-2-フォスフォレン-1-オキシドが特に好ましい。

【0035】而して、上記カルボジイミド化合物の生分解性プラスチックへの配合量は、生分解性プラスチック100部に対して0.01～10重量部、特に0.1～5重量部とすることが好ましく、配合量が0.01部重量に満たないと生分解速度調節の効果は見られず、10重量部を越えると生分解性プラスチックの物性を損なう場合がある。

【0036】本発明において、上記カルボジイミド化合物の生分解性プラスチックへの混合は、両者を有機溶剤に溶解した後に当該有機溶剤を留去することにより行うことができ、この場合有機溶剤としては、生分解性プラスチックを溶解することはもちろんのこと、更には非重合性で活性水素を持たない有機溶剤を使用することが望ましく、具体的にはクロロホルムやテトラヒドロフラン（THF）を例示することができる。

【0037】又、上記カルボジイミド化合物の生分解性プラスチックへの混合は、押出機による熔融混練りによる方法や、生分解性プラスチックの合成終了後にカルボジイミド化合物を混入する方法を使用することもできる。

【0038】尚、本発明の生分解性プラスチックの生分解速度は、配合するカルボジイミド化合物の種類及び配合量によりその遅延を調節することができるので、目的とする製品に応じ、配合するカルボジイミド化合物の種類及び配合量を決定すればよい。

【0039】又、得られた本発明の生分解性プラスチック組成物には、必要に応じて、補強材、無機並びに有機フィラー、酸化防止剤、熱安定剤、紫外線吸収剤等の他、滑剤、ワックス類、着色剤、結晶化促進剤、デンプンのような分解性を有する有機物等を併用することができる。

【0040】

【実施例】以下に本発明を実施例により更に詳細に説明する。

【0041】カルボジイミド化合物の合成例1

4, 4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート590gとシクロヘキシルイソシアネート62.6g及び*

*カルボジイミド化触媒（3-メチル-1-フェニル-2-ホスホレン-1-オキシド）6.12gを、180℃で48時間反応させ、4, 4'-ジシクロヘキシルメタンカルボジイミド（重合度=10）を得た。

【0042】カルボジイミド化合物の合成例2

テトラメチルキシリレンジイソシアネート549gとn-ブチルイソシアネート49.5g及びカルボジイミド化触媒（3-メチル-1-フェニル-2-ホスホレン-1-オキシド）5.99gを、180℃で48時間反応させ、テトラメチルキシリレンカルボジイミド（重合度=10）を得た。

【0043】カルボジイミド化合物の合成例3

4, 4'-ジシクロヘキシルメタンジイソシアネート500gとカルボジイミド化触媒（チタン酸テトラブチル）5.0gを180℃で12時間反応させた後、40.0gのポリエチレングリコールモノメチルエーテルを配合し、120℃で3時間反応させて末端のイソシアネート基をウレタン化し、4, 4'-ジシクロヘキシルメタンカルボジイミド末端ポリエチレングリコール（重合度=5.5）を得た。

【0044】実施例1～3

生分解性プラスチックとして、主成分がポリブチレンサクシネート／アジベートである脂肪族系ポリエステル樹脂を用い、合成例1～3で合成したカルボジイミド化合物を、脂肪族系ポリエステル樹脂に対して1重量%となるようドライブレンドした後、二軸押し出し機により混練し、Tダイにより厚さ200μmのフィルムを作成した。このフィルムよりJIS4号ダンベルを打抜き、これを試験片とした。この試験片を50℃、90%の恒温恒湿機中に入れ、所定時間毎の引張試験（引張速度：10mm/分、支点間距離：55mm）を行い、破断するまでの伸び率を測定した。結果を以下の表1に示す。

【0045】比較例1

カルボジイミド化合物を配合しないこと以外は実施例1と同じ操作を行った。結果を以下の表1に示す。

【0046】

【表1】

| | カルボジイミド 化合物 | 試験時間 (hr) | | | | |
|------|----------------|-----------|------|------|------|------|
| | | 0 | 150 | 300 | 500 | 750 |
| 実施例1 | 合成例1 | 820% | 350% | 400% | 400% | 370% |
| 実施例2 | 合成例2 | 800% | 340% | 340% | 350% | 320% |
| 実施例3 | 合成例3 | 810% | 360% | 350% | 300% | 200% |
| 比較例1 | なし | 600% | 30% | 20% | 20% | 10% |

【0047】実施例4～6

生分解性プラスチックとして、主成分がポリ乳酸である脂肪族系ポリエステル樹脂を用い、合成例1～3で合成したカルボジイミド化合物を、脂肪族系ポリエステル樹脂

脂に対して1重量%となるようドライブレンドし、二軸押し出し機により混練した後、Tダイにより厚さ200μmのフィルムを作成した。このフィルムよりJIS4号ダンベルを打抜き、これを試験片とした。この試験片

を70℃、70%の恒温恒湿機に入れ、所定時間毎の引張試験を行い、破断するまでの引張強度を測定した。結果を以下の表2に示す。

【0048】比較例2

カルボジイミド化合物を配合しないこと以外は実施例4*

*と同じ操作を行った。結果を以下の表2に示す。尚、表2中の空白欄は、試験片の機械強度が測定不能なレベルまで低下したことを表している。

【0049】

【表2】

| | カルボジイミド 化合物 | 試験時間 (h r) | | | | | | | |
|------|----------------|------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 0 | 50 | 100 | 150 | 200 | 250 | 300 | 350 |
| 実施例4 | 合成例1 | 6.8 | 7.1 | 7.1 | 6.9 | 6.7 | 6.4 | 6.1 | 2.4 |
| 実施例5 | 合成例2 | 6.9 | 7.3 | 7.0 | 7.1 | 6.5 | 6.7 | 6.0 | 3.1 |
| 実施例6 | 合成例3 | 6.7 | 7.3 | 6.8 | 7.0 | 6.3 | 6.5 | 5.1 | 2.1 |
| 比較例2 | なし | 6.4 | 5.2 | 5.0 | 3.2 | 0.7 | | | |

(単位: kgf/mm²)

【0050】実施例7~9

合成例1で合成したカルボジイミドを、脂肪族系ポリエステル樹脂に対して0.1、0.5及び5重量%となる

ようドライブレンドした以外は実施例1と同じ操作をお*

※こなった。結果を以下の表3に示す。

【0051】

【表3】

| | カルボジイミド 添加量 (重量部) | 試験時間 (h r) | | | | |
|------|----------------------|------------|------|------|------|------|
| | | 0 | 150 | 300 | 500 | 750 |
| 実施例7 | 0.1 | 650% | 100% | 30% | 20% | 10% |
| 実施例8 | 0.5 | 800% | 350% | 340% | 350% | 250% |
| 実施例9 | 5.0 | 780% | 320% | 350% | 360% | 350% |

【0052】実施例10~12

合成例3で合成したカルボジイミドを、主成分がポリ乳酸である脂肪族ポリエステルに対して0.25、0.

5、0.75、1.0重量%となるようドライブレンド

した後、二軸押出機により混練し、Tダイより厚さ200μmのフィルムを作成した。このフィルムよりJIS

4号ダンベルを打抜き、試験片とした。この試験片を7★

★0℃、90%の恒温恒湿機に入れ、所定時間毎の引張試験を行い、破断するまでの強度を測定した。結果を以下の表4に示す。尚、表4中の空白欄は、試験片の機械強度が測定不能なレベルまで低下したことを表している。

【0053】

【表4】

| | 試験時間 (h r) | | | | | | | |
|-------|------------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|
| | 0 | 50 | 100 | 150 | 200 | 250 | 300 | 350 |
| 実施例10 | 6.6 | 6.8 | 6.2 | 4.4 | 1.27 | | | |
| 実施例11 | 6.87 | 7.1 | 7.0 | 6.8 | 5.6 | 2.4 | | |
| 実施例12 | 6.33 | 6.8 | 6.6 | 6.7 | 6.3 | 4.8 | 2.4 | 1.4 |

(単位: kgf/mm²)

【0054】

【発明の効果】上記実施例に明らかなように、生分解性プラスチックにカルボジイミド化合物を配合してなる本発明の生分解性プラスチック組成物では、カルボジイミド化合物を配合していない生分解性プラスチックに比較して、その耐加水分解性、即ち、加水分解に基づく生分解に対する耐性が著しく向上している。

【0055】又、本発明の生分解性プラスチック組成物

では、カルボジイミド化合物の種類及び配合量により、その耐加水分解性、即ち、加水分解に基づく生分解の速度が異なっている。

【0056】即ち、本発明では、カルボジイミド化合物を配合することにより、生分解性プラスチックにおける加水分解に基づく生分解の速度を低下させることができ、且つ、低下の程度はカルボジイミド化合物の種類及び配合量により調節することができるのである。

フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 重一

東京都足立区西新井栄町 1-18-1 日清
紡績株式会社東京研究センター内